Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk
A
O
D
28

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS,
TE NAALDWIJK.

MANGAANBEPALING IN GEWASMONSTERS

door:
P.A.den Dekker

Naaldwijk, augustus 1959

223 1366

A
D
Δ
28

040
Stamboek no. 295

Bibliotheek
Proefstation voor de Groenten- en Fruitteelt onder Glas te Naaldwijk

Mangaanbepaling in gewasmonsters.

Tot 1957 werd mangaan bepaald vlgs methode 1 (bijlage 1); hieronder volgt een korte beschrijving. Daarna werd de bepaling van mangaan enige jaren niet meer gevraagd. Begin 1959 moesten een aantal monsters worden onderzocht van planten, die bespoten waren met mangaan. In verband met een verandering van ontsluitingsmethode voor andere elementen werd een nieuw mangaanvoorschrift opgesteld, methode 2 (bijlage 2); hieronder volgt een korte beschrijving. Een verslag, Koornneef 1959, betreffende genoemde veranderingen is als bijlage 4 opgenomen.

Korte beschrijving van methode 1:
Sulfaatas met HCl afroken en opnemen in 0,05 n HCl; silicaten affiltreren; volume op 200 ml brengen; 20 ml filtraat (0,5 g gewas) bevochtigen en droogdampen met HCl en HNO_3; droogrest in H_2SO_4 opnemen; sulfaten affiltreren en filter uitwassen; H_3PO_4 en $AgNO_3$ toevoegen tegen resp. Fe en Cl storingen en met 0,5 g KJO_4 5 min. koken; de standaardreeks van $MnSO_4$ bevat max 0.3 mg MnO. Kleur bepalen in een volume van 50 ml met filter 530 nm, cuvet 4 cm. Resultaten opgeven als mg MnO per 100 g gewas.

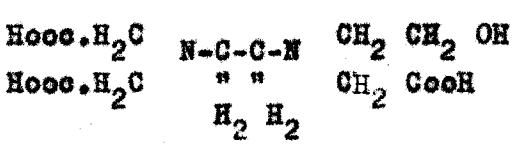
Korte beschrijving van methode 2;
20 ml "natte as" (0,6 g gewas 0,2 n aan HCl) droogdampen en droogrest in 2n H_2SO_4 opnemen. Verder wordt gewerkt als bij methode 1 echter met de volgende verschillen. Het filter wordt tot SO_4-vrij uitgewassen; i.p.v. perjodaat wordt persulfaat gebruikt, i.p.v. 1 min. wordt 5 min. gekookt en doorgemeten wordt in aftapcuvet van 1 cm. Resultaten opgeven als mg MnO met 2 decimalen per 1 g gewas.

Opnieuw moest de bepalingsmethode herzien worden, omdat wij bij methode 2 op praktische en theoretische bezwaren stuitten, die o.m. hieronder worden aangegeven.
Beschouwingen van methode 1 en 2:
a) natte destructie zoals bij methode 2 toegepast is voor bepaling van sporenelementen juister dan droge verassing. (Oosting)
b) afroken met HCl (silicaat scheiden) is bij de natte destructie niet nodig. Silicaten zijn in perchloorzuur oplosbaar (Oosting).
Wordt deze bewerking wel toegepast dan is afroken met H_2SO_4 nodig i.v.m. de Cl storing (TNO).
c) Perjodaat is als oxidans beter te gebruiken dan persulfaat met zilver als katalisator (Kolthoff).

d) Ter voorkoming van bruineteenvorming wordt 220-440 mval H_3PO_4 per 100 ml aanbevolen (Kolthoff). Bij onze methode 1 ca. 55 en bij methode 2 ca. 15 mval.
e) De aard van het gebruikte zuur is belangrijk (Kolthoff, v.Schouwenburg[1]). Met fosforzuur wordt de storende ferrikleur complex gebonden, dit zuur voorkomt mogelijke perjodaat en jodaat neerslagen, bovendien verstevigt het de kleurvorming hetgeen wij konden bevestigen.
f) De oxidatie dient in de warmte te gebeuren; kooktijden van 5 min. tot 1 uur worden in de literatuur gevonden (Kolthoff). Wij vonden reeds bij 5 min. een optimale kleurvorming.
g) Het is te verkiezen voor standaarden Mn^{++} i.p.v. permanganaat te gebruiken zodat de standaarden en monsters dezelfde bewerking ondergaan. Inmiddels is gebleken (v.Schouwenburg) dat $MnSO_4 . 4H_2O$ als zout niet houdbaar is. Derhalve wordt een gestelde $KMnO_4$ oplossing met Na HSO_4 gereduceerd, (grondlabverslag).
h) troebelingen van sulfaten storen de kleurmetingen. Het affiltreren van sulfaten geeft moeilijkheden. Ten eerste zijn de sulfaten zeer fijn en ten tweede geeft in de praktijk uitwassen tot SO_4 -vrij zoveel vloeistof, dat indampen van het filtraat tot het gewenste volume van 30 ml erg tijdrovend is. Afcentrifugeren i.p.v. affiltreren heft dit praktische bezwaar op.

Genoemde punten werden verwerkt tot methode 3, bijlage 3.
Korte beschrijving van methode 3:
20 ml "natte as" (0,6 g gewas 0,2 n aan HCl) droogdampen en droogrest met gec. H_2SO_4 voorzichtig <u>afroken.</u> Droogrest opnemen en overspoelen met Morgan,** standaardreeks van gereduceerd $KMnO_4$ tot 0,3 mg MnO in Morgan. Toevoegen gec. H_3PO_4 en KJO_4* en ca. 10 min. koken. Volume brengen op 50 ml; indien nodig troebelingen afcentrifugeren; kleurbepalen met filter 550 nm en cuvet 4 cm. Resultaten opgeven in mg MnO met 2 decimalen per 1 g gewas.
note:* 0,2 g KJO_4 bleek voldoende voor deze concentratie Mn.
note:** dezelfde hoofdstandaard oplossing wordt gebruikt als bij het grondonderzoek.

<u>Te verrichten onderzoek:</u>
De laatste tijd wordt formaldoxine als zéér gevoelig en stabiel reagens voor Mn aanbevolen (v.Schouwenburg[2]). Bij gelegenheid zullen wij deze methode proberen op basis van;
An improved formaldoxime method for the determination of maganese in plant material, E.G. Bradfield, Analyst vol 82, (blz. 254-7) April 1957 (Fotocopie in ons bezit); bij deze methode worden storende elementen, Fe en Co door warmte verwijderd en wordt gebruik gemaakt van HEEDTA tegen metaal-Ca,Cu,Fe, fosfaatstoringen.
(N- hydroxyethyleendiaminetriazijnzuur



(zie ook Chem. en Techn. nr 11-18-1963. blz. 556 e.v. P.J.Hol.

Literatuur:

M.Oosting Specifieke problemen bij de bepaling van sporenelementen in organisch materiaal. Chem. Wbl. 1962,58, blz. 90 e.v.

T.N.O. Werkgroep P.Z.A. opdrachtrapport nr 206.

Kolthoff en Sandell. Textbook of quantitative inorganic analysis blz 681.

v.Schouwenburg[1] Voorschriften van Lab.voor Landbouwscheikunde van de Landbouwhogeschool te Wageningen.

v.Schouwenburg[2] Mondelinge mededeling.

Grondlab.verslag Modificaties van de standaardoplossing voor de mangaan bepaling.

P.Koornneef Onderzoek methodiek mangaan bepaling in gewasmonsters, (Als bijlage 4 opgenomen)

Naaldwijk, April 1963.

Bijlage I.
Plantenanalyse
grondlab.Nldw.

Mangaanbepaling.

20,0 ml oplossing A: (5 gr. gewas bevochtigen met $2NH_2SO_4$ indampen, droogrest verassen (550°C) 2 uur. As bevochtigen met 38% HCl droogdampen 2x herhalen. Residu opnemen in warm 0,05 N HCl affiltreren in maatkolf 2000 ml).
in een porceleinen schaal op een kokend waterbad droogdampen. Het residu achtereenvolgens opnemen en droogdampen met ca 15 ml 25% HCl en met ca. 15 ml 30% HNO_3. De droogrest opnemen in 15 ml 5% H_2SO_4. Affiltreren over Schut V257. (porceleinen schaal kwantitatief uitpoetsen). Het filtraat opvangen in kolfje van 250 ml. Filter uitwassen met H_2O ged. Volume brengen op ca 30 ml met H_2O ged.
Nu voor de standaardreeks in 7 kolfjes van 250 ml achtereenvolgens brengen:
15 ml 5% H_2SO_4 en van de standaardoplossing 0-0.5-1.0-1.5-2.0-3.0-4.0-5.0-6.0 ml afpip. Volume brengen op ca 30 ml met H_2O ged.
Aan standaarden en onbekenden toevoegen: 1 druppel H_3PO_4 gec., 1 ml 0,05 N $AgNO_3$. Tot koken verhitten totdat troebeling van AgCl verdwijnt. Kolfjes van de vlam halen. Nu toevoegen 0,5 gr. KJO_4, vervolgens 5 min. doorkoken. Afkoelen en kwantitatief overspoelen met uitgekookt H_2O ged. in maatkolfje van 50 ml en aanvullen hiermee. Kleurintensiteit meten na 15 min. met colorimeter, cuvet 4 cm, filter 53.

Reagentia:

HCl 25%	HCl 25% chem.z.
HNO_3 30%	500 ml 60% HNO_3 chem.z. aanvullen tot 1.0 l. met H_2O ged.
H_2SO_4 5%	29 ml 96% H_2SO_4 chem.z. gieten op ca 500 ml H_2O ged. en na afkoelen aanvullen tot 1,0 l. met H_2O ged.

$AgNO_3$ 0,05 N.	
KJO_4	KJO_4 chem.z.
Mangaanstandaard	39.3 mg $MnSO_4$ 4aq chem.z. oplossen en aanvullen met H_2O ged. tot 250 ml 1 ml Mn-standaardoplossing = 0,050 mg MnO.

Berekening der uitkomsten:

Extinctiewaarden aflezen op de standaardreeks:

0,000- 0,025- 0,050- 0,075- 0,100- 0,150- 0,200- 0,300 mg MnO

aflezing X $\frac{100\ Y}{a.X} \times \frac{100}{100-V}$ geeft mg MnO per 100 g stoofdroog plantenmateriaal.

X gram plantenmateriaal in oplossing gebracht tot Y ml, hiervan a ml in gebruik genomen.

V= vocht percentage.

bijlage 2.

MANGAANBEPALING.

Apparatuur:

bekerglazen, hoog model, 400 ml.
waterbad.
horlogeglazen, ø c.a. 8 cm.
electrische kookplaat van 500-1500 Watt.
maatkolven, 200 ml, 100 ml en 50 ml.
porceleinen schaaltjes.
filtreerpapier, G.Schut en Zonen V 257 ø 125 mm.
erlenmeyers, 300 ml en 100 ml.
colorimeter, Kipp.

Reagentia:

salpeterzuur, HNO_3; 60%; p.a.
perchloorzuur, $HClO_4$; 70% chem.z.
zoutzuur, HCl; gec.; p.a.
zwavelzuur, H_2SO_4; 2 n; p.a.
53 ml zwavelzuur, 96% tot 1.0 l. aanvullen met gedemineraliseerd water.
fosforzuur, H_3PO_4; 85%; p.a.
zilvernitraat, $AgNO_3$; 0,1 n; chem.z.
17 g. zilvernitraat oplossen en aanvullen tot 1.0 l met gedemineraliseerd water.
kaliumpersulfaat, $K_2S_2O_8$; p.a.;
standaardoplossing, 0.050 mg MnO per ml.
* 157,2 mg $MnSO_4 \cdot 4\ H_2O$, p.a. oplossen en aanvullen tot 1.0 l. met gedemineraliseerd water.
bariumchloride, $BaCl_2$; 10%; chem.z.
1 g bariumchloride oplossen in 100 ml gedemineraliseerd water.
* zie voor een nauwkeuriger standaard een voorlopig voorschrift.

Uitvoering van de analyse:

6.000 g luchtdroog gewas in een bekerglas van 400 ml brengen.
Bij elke serie van 18 monsters, een standaardmonster, twee blanco's en een controlemengsel meenemen.
10 ml salpeterzuur, 60%, toevoegen; roeren met afgeplatte roerstaaf.
Tot bijna droog dampen op waterbad. Deze bewerkingen herhalen.

Vervolgens eerst toevoegen 20 ml 1:1 verdund salpeterzuur en het materiaal fijn wrijven; pas daarna twee glasparels en 20 ml ca. 60% perchloorzuur toevoegen.

VOORZICHTIG met perchloorzuur; OGEN beschermen !!!

Op een electrische kookplaat op stand 500 watt (zachtjes) destrueren; bekerglas met horlogeglas afsluiten. Is ongeveer de helft van het zuur verdampt (na ca. 3.5 uur) dan op stand 1000 watt (hard) droogkoken. De horlogeglazen geleidelijk schuiner leggen (voorzichtig!)

Zijn er na droogdampen nog zwarte delen in de as of aan het glas, dan moet eerst een weinig 1:1 verdund salpeterzuur en daarna een weinig perchloorzuur worden toegevoegd en drooggedampt. Ten slotte de as driemaal met 4 ml zoutzuur geconc. afroken op een waterbad, en het residu in 3 ml zoutzuur geconc. en een weinig gedemineraliseerd water, oplossen door verwarmen en fijnwrijven.

Het destruaat in een maatkolf van 200 ml overspoelen en aanvullen met gedemineraliseerd water.

Van het destruaat 20,0 ml afpipetteren in porceleinen schaaltjes en op kokend waterbad indampen. Aan het residu 15 ml zwavelzuur 2 n toevoegen en kwantitatief affiltreren in een erlenmeyer van 300 ml. Het filter uitwassen tot SO_4'' vrij. (Het waswater is SO_4'' vrij, als na aanzuren met zoutzuur met bariumchloride, oplossing 10%, geen neerslag ontstaat).

Het filtraat door koken terugbrengen tot 30 ml.

Van de standaard in erlenmeyers van 100 ml resp. 0.0; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 3.0; 4.0; 5.0; 6.0; ml pipetteren toevoegen 15 ml 2 n zwavelzuur en met gedemineraliseerd water het volume op ca.30 ml brengen. Aan standaard en monsters 1 druppel fosforzuur, gec. en 0.5 ml zilvernitraat, 0.1 n toevoegen. Vervolgens tot koken verhitten, (80° C) erlenmeyer van de vlam halen en ongeveer 0,5 g. kaliumpersulfaat, p.a.toevoegen, vloeistof aan de kook brengen en 1 minuut doorkoken. Afkoelen en daarna overspoelen en aanvullen in maatkolfjes van 50 ml met gedemineraliseerd water. Troebele monsters na aanvullen affiltreren.

Na 15 minuten doormeten m.b.v. Kipp colorimeter bij filter 530 nm in aftapcuvette c.a. Ø 1 cm.

Berekening van de uitkomsten:

De via de standaardcurve verkregen resultaten in

$$\text{mg MnO} \times 1.667 \times \frac{100}{\%\ \text{droge stof}} = {}^{o}/_{oo}\ \text{MnO op stoofdroog materiaal.}$$

Resultaten opgeven in 2 decimalen.

Bijlage 3

MANGAANBEPALING.

Apparatuur:

bekerglazen, hoog model, 400 ml.
stoombad,
horlogeglazen, Ø ca. 8 cm.
elektrische kookplaat van 500 - 1500 Watt.
elektrische kookplaat, voorzien van regelbare weerstand.
maatkolven, 200 ml en 50 ml.
porceleinen schaaltjes.
centrifuge, Homef, type 4000 t/ min.
colorimeter, Kipp, type Engel.

Reagentia:

salpeterzuur, HNO_3; 60%; p.a.
perchloorzuur, $HClO_4$; 70%; chem.z.
zoutzuur, HCl; gec. 38%; p.a.
zwavelzuur, H_2SO_4; gec. 96%; p.a.
fosforzuur, H_3PO_4; gec. 85%; p.a.
morganoplossing, natriunacetaatbuffer met pH 4.80.
1000 g natriumacetaat, chem.z. en 300 ml ijsazijn, CH_3COOH, 99 - 100%, joodgetal vlgs Wijs oplossen, mengen en aanvullen tot 10 liter.
dubbelmorgan oplossing, dit is morganoplossing met de dubbele concentratie chemicaliën.
kaliumpermanganaat, $KMnO_4$; 0.1 n; p.a.
3.16 g kaliumpermanganaat oplossen in 1 l gedem. water. Stellen: ca 250 mg gedurende 1 uur bij 105°C gedroogd natriumoxalaat in een bekerglas van 600 ml brengen, onder roeren oplossen in een mengsel van 100 ml 4n zwavelzuur en 100 ml gedem. water. De temperatuur moet 27 ± 3°C zijn. Onder omroeren uit een buret ca 35 ml van de kaliumpermanganaat oplossing toevoegen . Ca 1 minuut laten staan tot de oplossing ontkleurd is. Verwarmen tot 55 - 60°C en druppelsgewijs titreren tot de rose kleur ten minste 30 sec. blijft. Ook een blanco bepaling uitvoeren.

$$\text{titer} = \frac{\text{mg natriumoxalaat}}{67\text{X (verbruik } KMnO_4 \text{ - blanco)}}$$

natriumpyrosulfiet, $Na_2S_2O_5$; 10%; p.a.
10 g natriumptrosulfiet oplossen in 90 ml gedem. water.

standaardoplossing 20 dpm mangaan,

20.0 ml van een gestelde 0.1n kaliumpermanganaat oplossing voegen bij 100 ml. gedem.water en 8 ml H_2SO_4 gec. in een maatkolf van 1.0 l. Van een 10% oplossing natriumpyrosulfiet wordt zoveel bijgedruppeld, tot de paarse kleur net verdwijnt (ca 1 ml). Met 1-2 druppels salpeterzuur 65% wordt de eventuele overmaat pyrosulfiet verwijderd. Toevoegen 0.5 l dubbelmorgan oplossing, mengen en aanvullen met gedem. water. Deze oplossing wordt in duplo bereid en colorimetrisch vergeleken.

kaliumperjodaat, KJO_4; p.a.

kooksteentjes, puimsteen; 4 - 8 mesh; merk B.D.H.

Uitvoering van de analyse:

6.000 g luchtdroog gewas in een bekerglas van 400 ml brengen. Bij elke serie van 18 monsters, een standaardmonster, twee blanco's en een kontrolemengsel meenemen. 10 ml salpeterzuur 60% toevoegen, roeren met een afgeplatte roerstaaf; tot bijna droogdampen op een stoombad. Deze bewerkingen herhalen.

Vervolgens eerst toevoegen 20 ml 1:1 verdund salpeterzuur en het materiaal fijn wrijven; pas daarna twee glasparels en 20 ml 60% perchloorzuur toevoegen. VOORZICHTIG met perchloorzuur; Ogen beschermen !!!!!!!!!!!!!!!!

Op een elektrische kookplaat op stand 500 Watt(zachtjes) destrueren; bekerglas met een horlogeglas afsluiten. Is ongeveer de helft van het zuur verdampt (na ca 3.5 uur) dat op stand 1000 Watt (hard) droogkoken. Het horlogeglas geleidelijk schuiner leggen (voorzichtig).

Zijn er na droogdampen nog zwarte delen in de as of aan het glas, dan moet eerst een weinig 1:1 verdund salpeterzuur en daarna een weinig perchloorzuur worden toegevoegd en drooggedampt.

Ten slotte de as driemaal met 4 ml gec. zoutzuur afroken op een stoombad. Het residu in 3 ml zoutzuur gec. en een weinig gedemineraliseerd water oplossen door verwarmen en fijnwrijven. Het destruaat in een maatkolf van 200 ml overspoelen en aanvullen met gedem. water.

In dit destruaat kan naast mangaan ook bepaald worden K - Na - Ca - Mg - P en S.

Van het destruaat 20.0 ml afpipetteren in een porceleinen schaaltje en op een stoombad droogdampen. 4 ml gec. zwavelzuur toevoegen en op een kookplaatje afroken. (Voorzichtig, stand ca 3). De droogrest opnemen en overspoelen met Morgan in maatkolf van 50 ml tot ca 25 ml. Van de standaardoplossing eveneens in maatkolven van 50 ml resp. 0 - 2.0 - 3.0 - 5.0 en 10.0 ml pipetteren en volume met Morgan op ca 25 ml brengen.

Toevoegen, een vers kookstenentje, 3 ml gec. fosforzuur en 0.2 g kaliumperjodaat. Op kookplaatje (stand ca 5) tot koken verhitten; 5 minuten laten doorkoken (stand ca 3) en tenslotte nog 10 minuten op het uitgeschakelde plaatje laten staan. Afkoelen en aanvullen met gedem. water.
Troebele monsters afcentrifugeren. Doormeten met Kipp colorimeter, filter 550 nm, cuvet 4 cm.

<u>Berekening van de uitkomsten:</u>

Bij het vaststellen van de rechte standaardcurve * wordt de relatie aangenomen tussen de extinctiewaarden en 0 - 10 dpm MnO. De standaardoplossing bevat echter 20 X titer $KMnO_4$ X $\frac{70.92}{5}$ dpm MnO, zodat de berekening wordt;

aflezing (van 0 - 10 dpm) X 20 X titer X $\frac{70.92}{5}$ X $\frac{1}{10}$ X $\frac{1}{2}$ X $\frac{1}{30}$ X

$\frac{100}{\%\ \text{droge stof}}$ of aflezing X titer X $\frac{70.92}{150}$ X $\frac{100}{\%\ \text{droge stof}}$ = mg MnO

per 1 g luchtdroog gewas. Resultaten met 2 decimalen opgeven.

* De hoogste standaard gaf een extinctie van ruim 0.60, het standaardmonster bevatte 0.32% MnO.

Bijlage 4.

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS TE NAALDWIJK.

Onderzoek methodiek mangaanbepaling in gewasmonsters.

Doel van dit onderzoek was een bruikbare mangaanbepaling in gewasmonsters te verkrijgen.

Ontsluiting:

Als ontsluitingsmethodiek is destructie met perchloorzuur en salpeterzuur toegepast (zie ook het verslag: ontsluiting van gewasmonsters d.m.v. natte destructie). Een bepaalde hoeveelheid destruaat werd in porceleinen schaaltjes op het waterbad ingedampt. Aan het residu werd 15 ml 2 n zwavelzuur toegevoegd en vervolgens werd quantitatief afgefiltreerd in een erlenmeyer, waarbij het filter werd uitgewassen tot sulfaat vrij. Indien te veel vloeistof was verkregen, werd dit door koken teruggebracht tot het gewenste volume (c.a.30 ml).

Bepalingsmethodieken:

Toegepast zijn drie methoden, zowel bij de monsters als bij mangaansulfaatoplossingen van verschillende, doch bekende concentraties. De hoofdoplossing van mangaansulfaat bevatte 50 gamma MnO per ml. In erlenmeyers van 100 ml werden achtereenvolgens van deze oplossing afgepipetteerd:
0.0 - 0.5 - 1.0 - 1.5 - 2.0 - 3.0 - 4.0 - 5.0 - 6.0 ml.
Aan deze standaarden werd 15 ml 2 n zwavelzuur toegevoegd en het volume vervolgens op c.a. 30 ml gebracht. Ook werd een druppel geconcentreerd fosforzuur (H_3PO_4) toegevoegd.

De standaarden werden in 3-voud gemaakt, evenals de filtraten van de monsters (zie boven), waaraan een druppel geconcentreerd fosforzuur werd toegevoegd, zodat 3 series werden verkregen.

Op elke serie werd één van de hieronder beschreven methoden toegepast:

a. toegevoegd 0.5 ml 0.1 n zilvernitraat, tot koken verhit, 0.5 g KJO_4 toegevoegd, 5 min. gekookt, afgekoeld en overgespoeld in een maatkolf van 50 ml met uitgekookt, gedemineraliseerd water.
b. toegevoegd 0.5 ml 0.1 n zilvernitraat, verhit tot c.a. 80°C, 0.5 g kaliumpersulfaat ($K_2S_2O_8$) toegevoegd, 1 min. gekookt, afgekoeld en overgespoeld in een maatkolf met uitgekookt, gedemineraliseerd water.
c. tot koken verhit; 0.5 g KJO_4 toegevoegd, 5 min. gekookt, afgekoeld en verder als bij a en b.

De 3 series werden na 15 min. doorgemeten met de Kipp colorimeter. Eventueel troebele monsters werden na aanvullen afgefiltreerd over glaswol.

Absorptiekromme.

Bij het doormeten van een mangaansulfaatoplossing, die 30 gamma MnO per ml bevatte, bleek bij de Kipp colorimeter filter 53 het beste te zijn. (50 en 55 waren reeds belangrijk minder).

Ijkcurve:

Met mangaanoplossingen van verschillende concentraties is, na doormeten bij filter 53, een rechte curve verkregen. Voor de bereiding van deze mangaan oplossingen is zowel van kalium permanganaat gebruik gemaakt, als van mangaansulfaat. Bij gebruik van laatst genoemd zout zijn de drie bovenomschreven methoden toegepast voor oxydatie (bijlage 1).

Opmerking:

Bij 18 gewasmonsters is naast destructie met salpeterzuur en perchloorzuur ook verhitting in de moffel bij 480°C toegepast als ontsluiting. Dit leverde echter onvergelijkbare resultaten op (verassing gaf zeer lage gehalten).

Voorlopige conclusies:

De indruk is verkregen, zowel bij de standaarden (zie bijlage 1) als bij de onderzochte gewasmonsters,(waarbij tussen de drie methoden een grote variatie werd gevonden), dat oxydatie met kaliumpersulfaat beter lijkt, dan de andere beschreven methoden. Het verdient aanbeveling, het onderzoek voort te zetten, b.v.door na te gaan, of hoeveelheden mangaansulfaat, toegevoegd aan gewasmonsters, teruggevonden worden.

augustus 1959.
AvB

De proefnemer,
P.Koornneef.
februari 1959.

~~Bijlage I.~~

Extinctiewaarden van de mangaansulfaat en kaliumpermanganaat oplossingen.

γMnO	$MnSO_4$ methode a	$MnSO_4$ methode b	$MnSO_4$ methode c	$KMnO_4$
0	0.000	0.000	0.000	0.000
25	0.012	0.022	0.012	0.019
50	0.037	0.033	0.025	0.036
75	0.055	0.053	0.057	0.053
100	0.061	0.066	0.074	0.070
150	0.098	0.104	0.112	0.103
200	0.132	0.140	0.150	0.137
250	0.180	0.177	0.192	0.170
300	0.219	0.214	0.233	0.207